

P2 - PODSTAWY PREPARATYKI ZWIĄZKÓW NIEORGANICZNYCH

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studentów z podstawami preparatyki związków nieorganicznych. Podczas tego ćwiczenia studenci będą mogli zapoznać się z takimi operacjami, jak: ważenie na wadze technicznej, przygotowywanie roztworów wodnych, zatężanie roztworów, sączenie osadów na lejku Büchnera (pod zmniejszonym ciśnieniem) oraz suszenie osadów.

Zagadnienia omawiane w ćwiczeniu:

- obliczenia w oparciu o stechiometrię reakcji;
- wiązania i budowa przestrzenna drobin w chlorku wapnia, siarczanie magnezu oraz szczawianach amonu, wapnia i magnezu (z uwzględnieniem hydratów); oddziaływania międzydrobinowe w fazie stałej oraz w roztworze wodnym;
- zjawiska zachodzące podczas rozpuszczania fazy stałej w wodzie;
- metody otrzymywania szczawianu wapnia oraz szczawianu magnezu;
- wydajność procesu, sposoby zwiększania wydajności.
- podstawowy sprzęt laboratoryjny – zlewka, cylinder miarowy, tryskawka, bagietka, szkiełko zegarkowe, lejek Büchnera, kolba ssawkowa, zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem, palnik gazowy, waga techniczna;
- podstawowe operacje laboratoryjne – ważenie na wadze technicznej, przygotowywanie roztworów wodnych, zatężanie roztworów, sączenie osadów na lejku Büchnera (pod zmniejszonym ciśnieniem) oraz suszenie osadów.

Instrukcja wykonawcza - otrzymywanie $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ / $\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

1. Odważyć na wadze technicznej około 3 g CaCl_2 lub $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$. Zanotować wagę odważki w dzienniku laboratoryjnym. Odważony chlorek wapnia / siarczan magnezu przenieść do zlewki, dodać około 50 cm³ wody destylowanej. Mieszać intensywnie aż do momentu całkowitego rozpuszczenia się soli.
2. Obliczyć stechiometryczną ilość $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Odważyć obliczoną ilość jednowodnego szczawianu amonu na wadze technicznej.
3. W zlewce przygotować roztwór szczawianu amonu – w tym celu należy odważony $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ przenieść do zlewki, dodać około 50cm³ wody destylowanej i mieszać intensywnie aż do momentu całkowitego rozpuszczenia się soli (uwaga: w celu zwiększenia rozpuszczalności szczawianu amonu można roztwór lekko ogrzać).
4. Następnie do zlewki zawierającej roztwór szczawianu amonu wlać roztwór chlorku wapnia / siarczanu magnezu (lub na odwrót). Otrzymany roztwór wymieszać bagietką.
5. Odparować otrzymany roztwór do objętości około 50cm³ wody, po czym roztwór powoli schłodzić do temperatury pokojowej.
6. Przygotować zestaw do sączenia pod zmniejszonym ciśnieniem. Należy pamiętać o unieruchomieniu kolb ssawkowych za pomocą łap w statywach. Przed rozpoczęciem sączenia należy ułożyć sączonek na lejku i zwilżyć go wodą tak, aby sączonek dobrze przylegał

do dna lejka i zakrywał wszystkie otworki w lejku. Odsączyć roztwór poreakcyjny, wlewając wymieszany roztwór porcjami na lejek. Spłukać resztki osadu ze ścianek zlewki niewielką ilością wody z tryskawki, zamieszać i szybko wylać zawartość na lejek (czynność tę powtarzać aż do momentu przeniesienia całości osadu ze zlewki na lejek).

7. Po przesączeniu roztworu poreakcyjnego przemyć trzykrotnie osad na lejku niewielką ilością wody.
8. Zważyć na wadze technicznej szkiełko zegarkowe (wynik ważenia zapisać w dzienniku laboratoryjnym).
9. Sączek wraz z osadem przenieść na szkiełko zegarkowe (wcześniej podpisane) i wysuszyć w suszarce laboratoryjnej w temperaturze około 80°C.
10. Po wysuszeniu preparatu oddzielić delikatnie sączek od osadu i zważyć otrzymaną sól (wynik ważenia zapisać w dzienniku laboratoryjnym).

Opracowanie wyników

Napisać reakcję otrzymywania $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} / \text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ w formie cząsteczkowej oraz jonowej (wyjaśnić zalety i wady obu zapisów). Przedstawić obliczenia potwierdzające poprawność użytych ilości substratów oraz teoretyczną ilość produktu, jaką można otrzymać w procesie. Obliczyć wydajność procesu. Podać działania, jakie należy podjąć w celu zwiększenia wydajności procesu.

Podczas ilościowego oznaczania związków wapnia w postaci szczawianu $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ roztwór zawierający sól wapnia zakwasza się kwasem solnym, dodaje się odpowiednią ilość szczawianu amonu, a następnie do gorącego roztworu reakcyjnego dodaje się bardzo powoli $\text{NH}_3(\text{aq})$, aż do momentu osiągnięcia obojętnego odczynu roztworu. Proszę wyjaśnić, dlaczego w tej metodzie najpierw roztwór zakwasza się, a następnie zobojętnia.

Rozpuszczalność $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ wynosi 71 g/100 g wody, temp. 20°C

Rozpuszczalność CaCl_2 (bezwodny) wynosi 74 g/100 g wody, temp. 20°C

Rozpuszczalność $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ wynosi 5 g/100 g wody, temp. 25°C

Rozpuszczalność $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ wynosi 12 g/100 g wody, temp. 60°C

Rozpuszczalność NH_4Cl wynosi 38,3 g/100 g wody, temp. 25°C

Rozpuszczalność $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ wynosi 74,4 g/100 g wody, temp. 20°C

$pK_{\text{SO}}(\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 8,6$; $pK_{\text{SO}}(\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 5,3$ w temp. 25°C